

COSMETIC

Patent number: JP2295912
Publication date: 1990-12-06
Inventor: NANBA TOMIYUKI; HATAO MASATO; YONEYAMA TOSHIO; TANAKA TOSHIHIRO; SAITO TSUTOMU; TOMITA KENICHI
Applicant: SHISEIDO CO LTD
Classification:
- **international:** A61K7/00; A61K7/02
- **european:**
Application number: JP19890116277 19890510
Priority number(s): JP19890116277 19890510

Abstract of JP2295912

PURPOSE: To obtain a cosmetic having excellent water-resistance and sebum-resistance, durable to perspiration, kitchen work, swimming, etc., and giving durable make-up by compounding a fluorine-modified silicone compound. **CONSTITUTION:** The objective cosmetic can be prepared by adding 0.5-95% (preferably $\geq 5\%$) of a fluorine-modified silicone compound of formula (n is 1-150 and m is 0-150 on average; a is 0-5; Rf is 1-8C perfluoroalkyl) to other conventional cosmetic components such as oil, silicone resin, silicone rubber, humectant, ultraviolet absorber, antioxidant, medicine, perfumery, pigment, water and surfactant. It can be used as a make-up cosmetic such as cream, foundation, lotion, milky lotion, eye shadow, lipstick, etc.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

BEST AVAILABLE COPY

⑫ 公開特許公報(A)

平2-295912

⑮ Int. Cl.³

A 61 K 7/00

7/02

識別記号

F
J
Z

庁内整理番号

8413-4C

8413-4C

8413-4C

⑬ 公開 平成2年(1990)12月6日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全7頁)

⑭ 発明の名称 化粧品

⑯ 特 願 平1-116277

⑰ 出 願 平1(1989)5月10日

⑱ 発 明 者 難 波 富 幸 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資生堂研究所内

⑲ 発 明 者 畑 尾 正 人 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資生堂研究所内

⑳ 発 明 者 米 山 俊 夫 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資生堂研究所内

㉑ 発 明 者 田 中 俊 宏 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資生堂研究所内

㉒ 出 願 人 株式会社資生堂 東京都中央区銀座7丁目5番5号
最終頁に続く

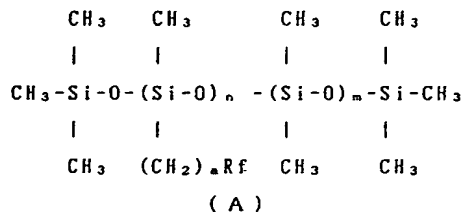
明 細 書

1. 発明の名称

化粧品

2. 特許請求の範囲

(1) 下記一般式(A)の構造を持つフッ素変性シリコン化合物を配合することを特徴とする化粧品。



[式(A)中n、mは平均数で、nは1~150、mは0~150の数である。aは0~5の整数であり、Rfは炭素数1~8のパーフロロアルキル基を表わす。]

3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明はフッ素変性シリコンを配合することを特長とし、耐水性、耐皮脂性に優れ、発汗や水仕事、水泳などにより落ちにくく、化粧持ちに優れた化粧品に関する。

[従来の技術]

従来、水仕事などによる肌あれから皮膚を保護するためにはスキンクリームやスキンローションが汎用されてきた。これらは皮膚の上にオイルバリアーを作り、発汗や水仕事などにより皮膚中の水溶性成分や皮脂などが失われるのを防ぎ、さらには失われた皮脂を補給し、保湿剤や水の働きによって皮膚に柔軟性を付与することによって皮膚を保護している。さらに、最近では塗り直しの手間を省くために効果が持続するものが求められている。

皮膚保護効果を向上し持続させる目的でシリコン油やシリコン樹脂を配合することにより撥水性を高くすることが行なわれている。

また従来のメーキャップ化粧料は、タルク、マイカ等の体質顔料、酸化鉄等の着色顔料、油分、

活性剤、香料、酸化防止剤、防腐防黴剤等よりなるが、そのメーキャップ化粧料としての機能については種々の特性が必要とされてきた。特に化粧もちについては最も重要な機能として従来より数多くの研究がなされてきている。たとえば、揮発性油分を配合する方法、水中油型の乳化基剤による方法、シリコーン樹脂を配合する方法等がある。

〔発明が解決しようとする課題〕

従来技術の問題点

しかしながら、皮膚保護効果の持続性や化粧持ちに関しては、皮脂、汗、物理的な摩擦などの問題が複雑に影響を与えるため、完全なものは得られていない。また、夏場や水泳時に用いる日焼け止め化粧料では汗や皮脂によって落ちやすいため、化粧持ちに優れた製品が望まれていた。

発明の目的

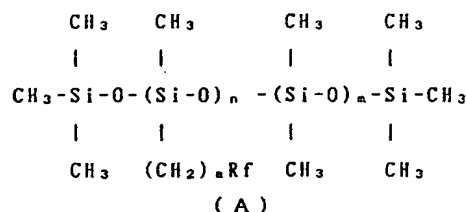
本発明は前記従来技術の問題点に鑑みなされたものであり、その目的は化粧持ちに優れた化粧料を提供することにある。

リコーン油やシリコーン樹脂も耐油性については必ずしも高いものではなく、すなわち耐皮脂性については十分なものではなかった。本フッ素変性シリコーン化合物はジメチルポリシロキサンにフルオロアルキル基を導入することにより、撥水性を損なわずに耐油性を高めたものである。本フッ素変性シリコーン化合物は n の割合によってフッ素含有率が変化し、耐油性を付与するためには $n / (n + m)$ が 0.05 ~ 1 であることが好ましく、フッ素含有率が高いと、耐油性は高くなるが他の油分との相溶性が悪くなるため、0.1 ~ 0.8 がより好ましい。Rf は炭素数 1 ~ 8 のパーフロロアルキル基であり直鎖でも分枝していてもよい、たとえばトリフロロメチル、ペンタフロロエチル、ヘプタフロロプロピル、ノナフロロブチル、ヘプタデカフロロオクチルなどがあげられる。これらは次に挙げるような市販品として入手することができる。すなわちフッ素変性シリコーン化合物を例示すると信越化学工業(株)製の X-22-819、X-22-820、X-22-821、X-22-822、FL-100、

前記目的を達成するために、本発明者らは鋭意研究をかさねた結果、フッ素変性シリコーン化合物を配合することによりこの課題を解決することを見出し、本発明を完成するにいたった。

〔課題を解決するための手段〕

すなわち、本発明は下記一般式 (A) で表わせるフッ素変性シリコーン化合物を配合することを特長とする化粧料である。



(式 A 中 n 、 m は平均数で、 n は 1 ~ 150、 m は 0 ~ 150 の数である。 a は 0 ~ 5 の整数であり、Rf は炭素数 1 ~ 8 のパーフロロアルキル基を表わす。)

従来、撥水性を高める目的で用いられてきたシ

トーレシリコーン(株)製の FS1265 等をあげることが出来る。

本シリコーン化合物の配合量は化粧料の形態により異なり通常 0.5 ~ 95% の範囲で配合可能であるが、化粧持ちの向上をはかるためには 5% 以上配合することが好ましい。

本発明の皮膚化粧料には上記の必須構成成分の他に、油分としては、スクワラン、流動パラフィン、ワセリン、マイクロクリスタリンワックス、オゾケライト、セレスチン、ミリスチン酸、バルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸、イソステアリン酸、セチルアルコール、ヘキサデシルアルコール、オレイルアルコール、セチル-2-エチルヘキサノエート、2-エチルヘキシルバルミテート、2-オクチルドデシルミリステート、2-オクチルドデシルガムエステル、ネオペンチルグリコール-2-エチルヘキサネート、イソオクチル酸トリグリセライド、2-オクチルドデシルオレエート、イソプロピルミリステート、イソステアリン酸トリグリセライド、ヤシ油脂肪酸ト

リグリセライド、オリーブ油、アボガド油、ミツロウ、ミリスチルミリステート、ミンク油、ラノリン、ジメチルポリシロキサン、環状ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、シリコーンレジン、ポリエーテル変成シリコーン、アミノ変成シリコーン等の各種炭化水素、高級脂肪酸、油脂類、エステル類、高級アルコール、ロウ類、シリコーンオイル等である、その他シリコーン樹脂、シリコーンゴム、保湿剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤、防腐剤、消炎剤、ビタミン、ホルモンなどの薬剤、香料、粉末としては通常化粧品に配合できるものならどんなものでもかまわない。例えばタルク、白雲母、合成雲母、金雲母、紅雲母、黒雲母、リチア雲母、セリサイト、パーミキュライト、カオリン、二酸化チタン、酸化チタン被覆雲母、酸化チタン被覆タルク、酸化チタン被覆オキシ塩化ビスマス、オキシ塩化ビスマス、魚鱗屑、着色酸化チタン被覆雲母等のパール顔料、アルミニウムパウダー、銅パウダー等の金属粉末顔料、酸化鉄（ベンガラ）、チタン

酸鉄の無機赤色顔料、珪酸鉄等の無機褐色系顔料、黄酸化鉄、黄土等の無機黄色系顔料、黒酸化鉄、カーボンブラック等の無機黒色顔料、マンガバイオレット、コバルトバイオレット等の無機紫色顔料、酸化クロム、水酸化クロム、チタン酸コバルト等の無機緑色系顔料、群青、紺青等の無機青色系顔料、亜鉛華、ベントナイト、硫酸バリウム、金属石鹼、珪ソウ土、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸カルシウム、ケイ酸バリウム、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸ストロンチウム、タングステン酸金属塩、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、酸化クロム、水酸化クロム、カーボンブラック、アルミナ、ヒドロキシアパタイト、窒化ホウ素、シリカ、ナイロンパウダー、ゼオライト、ベンゾグアナミンパウダー、四弗化エチレンパウダー、ポリアミドパウダー、ポリエステルパウダー、ポリエチレンパウダー、ポリプロピレンパウダー、ポリスチレンパウダー、セルロースパウダー、赤色201号、赤色202号、赤色204号、赤色205号、赤色220号、赤色226号、赤色2

28号、赤色405号、橙色203号、橙色204号、黄色205号、黄色401号及び青色404号等の有機顔料、赤色3号、赤色104号、赤色106号、赤色227号、赤色230号、赤色401号、赤色505号、橙色205号、黄色4号、黄色5号、黄色202号、黄色203号、緑色3号及び青色1号のジルコニウム、バリウム又はアルミニウムレーキ等の有機顔料、クロロフィル、β-カロチン等の天然色素などの通常化粧品に配合される他の成分を配合することは可能である。

また、当然のことながら、精製水および水溶性成分および適切な界面活性剤を配合して乳化技術を駆使することによって、撥水性を失わない範囲で油中水型あるいは水中油型の乳化組成物とすることも可能である。

[実施例]

以下、実施例により本発明をさらに詳細に説明する。本発明は、これらによって限定されるものではない。配合量は全て重量%である。

実施例1 クリーム

①ジメチルポリシロキサン (6CS/25℃)	10.0%
②フッ素変性シリコーン	
X-22-821 (信越化学工業)	20.0
③流動パラフィン	6.5
④セチルアルコール	3.0
⑤グリセリルモノステアレート	2.0
⑥POE(20)ソルビタンモノオレート	6.0
⑦精製水	43.1
⑧グリセリン	4.0
⑨1,3-ブチレングリコール	5.0
⑩防腐剤	0.2
⑪香料	0.2

①～⑤、⑩を混合し、加熱溶解して70℃に保ち油相部とする、別に⑥～⑨を加熱溶解して70℃に保ち水相部とする。この油相部に水相部を添加して乳化機により十分に乳化する。乳化後、かきまぜながら冷却し、35℃以下になったら容器に流し込み放冷して固める。

比較例1 クリーム

①ジメチルポリシロキサン (6CS/25℃)	10.0%
②ジメチルポリシロキサン (100CS/25℃)	20.0
③流動パラフィン	6.5
④セチルアルコール	3.0
⑤グリセリルモノステアレート	2.0
⑥POE(20)ソルビタンモノオレート	6.0
⑦精製水	43.1
⑧グリセリン	4.0
⑨1,3-ブチレングリコール	5.0
⑩防腐剤	0.2
⑪香料	0.2

実施例1と同様の方法により比較例1を得た。

(効果)

実施例1と比較例1とを専門パネル20名により官能評価したところ表1のような結果となった。

表1

使用感	実施例1	比較例1
耐水性	○	○
耐油性	○	△
化粧持ち	○	○

なお、表中の記号は、

- ・・・15～20名が使用性良好と判定
 ○・・・10～14名が使用性良好と判定
 △・・・5～9名が使用性良好と判定
 ×・・・0～4名が使用性良好と判定

表1より明らかな様に本発明のクリームは比較例のクリームに比べて耐水性は同等に優れているが、耐油性および化粧持ちは比較例より優れていることがわかる。

実施例2 固型ファンデーション

①二酸化チタン	5.0%
②タルク	10.0
③球状ポリスチレン	20.0

④マイカ	43.0
⑤酸化鉄	7.0
⑥フッ素変性シリコーン X-22-822 (信越化学工業)	15.0
⑦パラベン	適量
⑧酸化防止剤	適量
⑨香料	適量

①～⑤を混合し、他方⑥～⑨を80℃で加熱して上記①～⑤に吹き付けてさらに混合する。ついで粉碎、篩処理して圧縮成型により中皿中に成型して固型ファンデーションを得た。

・比較例2 固型ファンデーション

①二酸化チタン	5.0%
②タルク	10.0
③球状ポリスチレン	20.0
④マイカ	43.0
⑤酸化鉄	7.0
⑥ジメチルポリシロキサン	15.0

⑦パラベン	適量
⑧酸化防止剤	適量
⑨香料	適量

実施例2と同様の方法により比較例2を得た。

(効果)

実施例2と比較例2とを専門パネル20名により官能評価したところ表2の様な結果となった。

表2

使用感	実施例2	比較例2
耐水性	○	○
耐油性	○	△
化粧もち	○	△

なお、表中の記号は、

- ・・・15～20名が使用性良好と判定、
 ○・・・10～14名が使用性良好と判定、
 △・・・5～9名が使用性良好と判定、
 ×・・・0～4名が使用性良好と判定
 したことを示す。

表2より明らかな様に本発明のファンデーションは肌への耐水性、耐油性、化粧もちの全ての点において比較例よりも優れている。

実施例3 クリーム

①セチルアルコール	2.5%
②ステアシルアルコール	1.5
③ワセリン	5.0
④スクワラン	3.0
⑤ホホバ油	3.0
⑥フッ素変性シリコーン	
X-22-819 (信越化学工業)	5.0
⑦グリセリルモノステアレート	2.5
⑧POE(5)グリセリルモノステアレート	1.5
⑨POE(25)セチルエーテル	3.0
⑩ビタミンEアセテート	0.01
⑪防腐剤	0.2
⑫ジプロピレングリコール	2.0
⑬グリセリン	20.0
⑭精製水	50.79

②メチルフェニルポリシロキサン (20CS/25℃)	30.0
③オクチルジメチル-p-アミノ ベンゾエート	2.0
④フッ素変性シリコーン X-22-819 (信越化学工業)	20.0

①～④を攪拌溶解して製品とした。

本日焼け止め化粧料は、耐水性、耐油性、化粧もちの優れた日焼け止め化粧料であった。

実施例6 日焼け止めローション

①ジメチルポリシロキサン(5CS/25℃)	19.0%
②フッ素変性シリコーン X-22-820 (信越化学工業)	7.0
③ステアリン酸	1.0
④2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン	1.0
⑤香料	0.2
⑥防腐剤	0.2
⑦グリセリン	5.0
⑧モンモリロナイト	0.5

①～⑦を混合し、加熱溶解して70℃に保ち油相部とする、別に⑧～⑩を加熱溶解して70℃に保ち水相部とする。この水相部に油相部を添加して乳化機により十分に乳化する。乳化後、かきまぜながら冷却し、35℃以下になったら容器に流し込み放冷して固める。

本クリームは、耐水性、耐油性、化粧もちの優れたクリームであった。

実施例4 ハンドローション

①ジメチルポリシロキサン(5CS/25℃)	20.0%
②フッ素変性シリコーン FL100 (450CS) (信越化学工業)	70.0
③グリセリルトリイソステアレート	10.0

①～③を混合攪拌して製品とした。

本ハンドローションは、耐水性、耐油性、化粧もちの優れたハンドローションであった。

実施例5 日焼け止め化粧料

①デカメチルシクロペンタシロキサン	48.0%
-------------------	-------

⑤水酸化カリウム	0.2
⑥精製水	65.9

①～⑥を混合し、加熱溶解して70℃に保ち油相部とする、別に⑦～⑩を加熱溶解して70℃に保ち水相部とする。この水相部に油相部を添加して乳化機により十分に乳化する。乳化後、かきまぜながら冷却し製品とする。

本日焼け止めローションは耐水性、耐油性、化粧もちの優れた日焼け止めローションであった。

実施例7 乳液

①セチルアルコール	1.5%
②フッ素変性シリコーン X-22-821 (信越化学工業)	6.0
③メチルフェニルポリシロキサン	1.0
④グリセリルモノオレート	1.5
⑤グリセリルモノステアレート	1.0
⑥香料	0.1
⑦POE(20)ソルビタンモノステアレート	1.5
⑧防腐剤	0.2

⑨カルボキシビニルポリマー	0.25
⑩トリエタノールアミン	0.1
⑪1,3-ブチレングリコール	10.0
⑫精製水	76.85

①～⑥を混合し、加熱溶解して70℃に保ち油相部とする、別に⑦～⑩を加熱溶解して70℃に保ち水相部とする。この水相部に油相部を添加して乳化機により十分に乳化する。乳化後、かき混ぜながら冷却し製品とする。

本乳液は、耐水性、耐油性、化粧持ちの優れた乳液であった。

・実施例8 アイシャドー

①チタンコーテッドマイカ	44.5%
②タルク	25.0
③群青	20.0
④赤色226号	0.5
⑤フッ素変性シリコーン	10.0
X-22-820 (信越化学工業)	
⑥バラベン	適量

⑤～⑥を90℃で加熱融解したものに①～④をあらかじめ混合した粉末部を添加し、ホモミキサーで攪拌混合した後、脱気、充填、冷却して油性ファンデーションを得た。本油性ファンデーションは実施例2と同様に耐水性、耐油性、化粧もちにすぐれたものであった。

実施例10 口紅

①固型パラフィン	15.0%
②セレシン	5.0
③ジメチルポリシロキサン	10.0
④フッ素変性シリコーン	
(式A中n=4, m=76, a=3)	
Rfはペンタデカフロロオクチル) 46.0	
⑤赤色201号	1.5
⑥赤色202号	1.5
⑦二酸化チタン	1.0
⑧チタンコーテッドマイカ	20.0
⑨香料	適量

①～④及び⑨を加熱、溶解し、粉末を分散後、

⑦酸化防止剤	適量
⑧香料	適量

実施例2と同様にして、アイシャドーを得た。本アイシャドーは、耐水性、耐油性、化粧もちの優れたアイシャドーであった。

・実施例9 油性ファンデーション

①マイカ	20.5%
②タルク	15.0
③カオリン	10.0
④酸化鉄	4.0
⑤流動パラフィン	35.0
⑥ジメチルポリシロキサン	8.0
⑦フッ素変性シリコーン	
(式A中n=15, m=20, a=2)	
Rfはペンタフロロエチル)	
⑧ソルビタンセスキオレート	2.0
⑨ビタミンE	0.5
⑩香料	適量

脱気する。その混合物を所定の金型に充填、冷却し口紅を得た。

実施例11 両用ファンデーション

①シリコーン処理マイカ	35.0%
②シリコーン処理タルク	20.0
③シリコーン処理二酸化チタン	5.0
④シリコーン処理酸化鉄	5.0
⑤球状ナイロンパウダー	20.0
⑥フッ素変性シリコーン	
(式A中n=8, m=2, a=2)	
Rfはノナフロロブチル)	
⑦ジメチルポリシロキサン	2.0
⑧流動パラフィン	3.0
⑨バラベン	適量
⑩酸化防止剤	適量

実施例2と同様にして両用ファンデーションを得た。本両用ファンデーションは実施例2と同様に耐水性、耐油性、化粧もちにすぐれたものであ

った。

出願人 株式会社 資生堂

第1頁の続き

⑩発明者	齊藤	力	神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地	株式会社資生堂研 究所内
⑪発明者	富田	健一	神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地	株式会社資生堂研 究所内

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.